

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **06048837 A**

(43) Date of publication of application: **22 . 02 . 94**

(51) Int. Cl.

C04B 35/56
H01L 21/22

(21) Application number: **04218243**

(22) Date of filing: **24 . 07 . 92**

(71) Applicant: **SHIN ETSU CHEM CO LTD**

(72) Inventor:
KOBAYASHI YUKIO
KONO OSAMU
TAJIMA SHIGENOBU

(54) SILICON CARBIDE-BASED MEMBER FOR PRODUCTION OF SEMICONDUCTOR

(57) Abstract:

PURPOSE: To prevent contamination by metallic impurities and to stably attain high quality by specifying the oxygen content of an SiC-based member for production of a semiconductor consisting of SiC and metallic Si.

CONSTITUTION: A mixture of high purity SiC powder with high purity graphite powder and an oxygen source compd. such as silicone resin having Si-O bonds is granulated,

compacted and heated at about 800°C in gaseous N₂ to obtain a calcined body. This calcined body is heated to about 1,500°C in vacuum and molten high purity metallic Si is impregnated into the calcined body. The resulting Si impregnated body is sintered at 1,600-1,800°C to produce the objective SiC-based member for production of a semiconductor contg. ≒ 50ppm oxygen and having a structure in which SiC forms a three-dimensional continuous phase as the matrix and many metallic Si islands are separately dispersed in the continuous phase.

COPYRIGHT: (C)1994,JPO&Japio

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-48837

(43)公開日 平成6年(1994)2月22日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B 35/56	1 0 1 V			
	Y			
H 0 1 L 21/22	M	9278-4M		

審査請求 未請求 請求項の数2(全 4 頁)

(21)出願番号 特願平4-218243

(22)出願日 平成4年(1992)7月24日

(71)出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72)発明者 小林 幸夫

福井県武生市北府2-1-5 信越化学工業株式会社磁性材料研究所内

(72)発明者 河野 修

福井県武生市北府2-1-5 信越化学工業株式会社磁性材料研究所内

(72)発明者 田島 重信

福井県武生市北府2-1-5 信越化学工業株式会社磁性材料研究所内

(74)代理人 弁理士 小島 隆司

(54)【発明の名称】 半導体製造用炭化珪素質部材

(57)【要約】

【構成】 炭化珪素と金属珪素とからなる半導体製造用炭化珪素質部材において、該部材中の酸素含有量が50ppm以上であることを特徴とする半導体製造用炭化珪素質部材を提供する。

【効果】 本発明の半導体製造用炭化珪素質部材は、炉芯管などに適用した場合、シリコンウエハーを鉄などの金属不純物で汚染させることを可及的に防止したもので、高品質の半導体製造に用いることができる。また本発明の製造方法によれば、かかる炭化珪素質部材を容易確実に製造することができる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】炭化珪素と金属珪素とからなる半導体製造用炭化珪素質部材において、該部材中の酸素含有量が50ppm以上であることを特徴とする半導体製造用炭化珪素質部材。

【請求項2】炭化珪素が海部として三次元連続相を形成していると共に、この炭化珪素連続相中に多数の金属珪素島部が互いに独立して分散された構造を有する請求項1記載の半導体製造用炭化珪素質部材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、均熱管（ライナーチューブ）、炉芯管（プロセスチューブ）、治具（ウェハーボード）等の半導体製造の熱処理炉（拡散炉及び酸化炉）用部材として有効な半導体製造用炭化珪素質部材に関する。

【0002】

【従来の技術】半導体製造の熱処理炉（拡散炉及び酸化炉）の部材は、耐熱性、寸法安定性に優れている炭化珪素質部材が均熱管（ライナーチューブ）、炉芯管（プロセスチューブ）、治具（ウェハーボード）等に使用されている。

【0003】上記の半導体製造に用いられている炭化珪素質部材は、反応焼結法、再結晶Si含浸法等により製造されるが、いずれも炭化珪素及び金属珪素とから構成されている。

【0004】この炭化珪素質部材は、半導体の高集積化に伴い高温化での熱処理が必要とされるため、最近では超高純度の要求が強まっている。

【0005】現在その対応として、高温化での酸洗浄及び長時間の空焼きを行なって、炭化珪素質部材表面の純化处理をしている。

【0006】また、金属不純物の中で最も問題となるFe不純物を基材中で1ppm以下に抑えた高純度部材の開発も行なわれている。更に、高純度ガスの反応を利用した化学気相析出法（CVD）による緻密な炭化珪素被覆を基材表面に施すことも行なわれている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、本発明者の経験によれば、基材中のFe不純物が数ppmもしくは1ppm以下の高純度の場合でも、高温下での熱処理中に基材の外部及び内部から、特に金属珪素中をFe不純物が拡散移動して基材表面から半導体ウェハーの雰囲気へ飛び出すことにより、半導体ウェハーが汚染してウェハーの特性を悪化させる原因になっている。この半導体ウェハーの雰囲気へ飛び出す不純物量は化学分析で測定できるレベルではなく、しかも基材の純度を左右するものでもない。

【0008】また、基材の表面にCVDによる炭化珪素被覆を施す場合には、金属不純物の拡散移動に対して炭

化珪素被覆無しと比較して効果があるとも言われているが、炭化珪素被覆の剥離の問題が実際の使用において発見されていることからCVDによる炭化珪素被覆にも課題が多い。

【0009】このため、炭化珪素質部材の基材中を拡散移動して発生する金属不純物（Fe, Cu, Ni等）の移動を基材中にて阻止することにより、半導体ウェハーへの汚染を生じないようにすること、しかもこの場合、剥離等の問題を生じさせずにこれら金属不純物による半導体ウェハーへの汚染を防止することが望まれた。

【0010】

【課題を解決するための手段及び作用】本発明者は、上記要望に応えるため鋭意検討を行った結果、炭化珪素と金属珪素とからなる半導体製造用炭化珪素質部材中の酸素含有量を50ppm以上とすることにより、金属不純物の発生が抑えられ、半導体ウェハーの特性を高度に安定化させることを知見した。

【0011】即ち、本発明者の検討によると、基材からの金属不純物の発生は、基材中の金属不純物の含有量に関与することは勿論であるが、この含有量が極微量（ppbのレベル）であつても上記の炭化珪素の組織構造もしくは温度条件によっては起こることがわかり、更に、調べたところ、金属不純物の発生を抑制するのは基材中の含有酸素であることを究明した。

【0012】そこで、金属不純物の発生と酸素含有量との関係を模索した結果、基材中の酸素含有量が50ppm以上であると金属不純物の発生が抑制されること、このように酸素を50ppm以上含有させると、金属不純物が金属酸化物に換えられ、炭化珪素質部材の基材中を拡散移動する金属不純物（Fe, Cu, Ni等）の基材中での移動が阻止されることにより、金属不純物の発生が防止されることを知見した。

【0013】またこの場合、炭化珪素質部材の組織において炭化珪素が海部として三次元連続相を形成していると共に、この炭化珪素連続相中に多数の金属珪素島部が互いに独立して分散された構造を有し、炭化珪素質部材内部の金属珪素相と表面に露呈する金属珪素相とが炭化珪素連続相によって遮断されることにより、特に金属珪素相を拡散移動してくる不純物が表面露呈金属珪素相に拡散移動することが抑えられるので、金属不純物による半導体ウェハーの汚染をより効果的に防止し得ることを見出し、本発明をなすに至ったものである。

【0014】従つて、本発明は、炭化珪素と金属珪素とからなる半導体製造用炭化珪素質部材において、該部材中の酸素含有量が50ppm以上であることを特徴とする半導体製造用炭化珪素質部材、及びかかる炭化珪素質部材の炭化珪素が海部として三次元連続相を形成していると共に、この炭化珪素連続相中に多数の金属珪素島部が互いに独立して分散された構造を有する上記半導体製造用炭化珪素質部材を提供する。

【0015】以下、本発明について更に詳しく説明すると、本発明の半導体製造用炭化珪素質部材は、上述したように炭化珪素と金属珪素とからなるものである。この場合、炭化珪素質部材は、反応焼結法、再結晶Si含浸法等のいずれの方法によってもよいが、本発明の炭化珪素質部材は、部材中の酸素含有量を50ppm以上とする必要があり、50ppmより酸素含有量が少ないと部材中を移動する鉄などの金属不純物を有効に金属酸化物に変換し得ない。なお、このように金属不純物の移動を阻止できるといっても、金属不純物の含有量は少ない程良く、鉄、銅、ニッケルなどの金属不純物の含有量は各々で10ppm以下が好ましい。また、酸素以外の窒素、塩素などは、金属の移動を阻止する効果が少ないので、通常その存在は考慮されない。

【0016】このような本発明の炭化珪素質部材は、炭化珪素粉末、黒鉛粉末及び酸素源化合物を含有する混合物を成形、焼成して仮焼体を得た後、この仮焼体に熔融金属珪素を含浸することにより有利に製造することができる。

【0017】ここで、酸素源化合物は、本発明の炭化珪素質部材中に酸素を導入するためのもので、具体的には(—Si—O—)結合を有するシリコン樹脂、(Si—O—Si)結合を有する二酸化珪素、シリカゲル、更には結合剤としてのフェノール樹脂などのようにウエハ一特性に悪影響を与える不純物を含まない酸素含有化合物を好適に使用することができる。なお、これらの酸素源化合物は、得られる炭化珪素質部材中に50ppm以上の酸素を与えるような量で配合される。

【0018】本発明の炭化珪素質部材は、上述したように酸素を50ppm以上含有するものであるが、更に、少なくとも一部の組織が、炭化珪素が海部として三次元連続相を形成していると共に、この炭化珪素連続相中に多数の金属珪素島部が互いに独立して分散された構造、つまり基材の組織において、炭化珪素の粒が単独に配置されているのではなく、炭化珪素の粒が連続して繋がっており、更に金属珪素が単独に配置されている構造(以下、SiC立体連続相構造という)を有するものであることが好ましい。

【0019】この場合、SiC立体連続相構造をなす炭化珪素質部材において、金属珪素島部はその炭化珪素量が80～95重量%であることが好ましい。

【0020】このような表面部がSiC立体連続相構造を有する炭化珪素質部材を得るためには、炭化珪素粉末に対し黒鉛粉末の量を通常より多くして成形、仮焼した仮焼体に金属珪素を含浸させるようにすることが好ましい。これにより、黒鉛粉末は熔融金属珪素と反応して新たに炭化珪素を生成し、この新たに生成した炭化珪素が元からある単独の炭化珪素と繋がったり、数個の炭化珪素を繋げたりしてSiC立体連続相構造となる。勿論この場合、黒鉛粉末量が多いほどSiC立体連続相構造の

多い組織になる。

【0021】なお、金属珪素の含浸、焼結温度は1600～1800℃、特に1600～1700℃とすることが好ましい。

【0022】

【実施例】以下、実施例と比較例を示し、本発明を具体的に示すが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。

【0023】[実施例1]市販の炭化珪素粉末を高純度化した炭化珪素粉末76重量%、同じく高純度化した黒鉛粉末6重量%、結合剤としてフェノール樹脂10重量%、及び高純度の二酸化珪素粉末8重量%を混合、造粒、成形した後、窒素ガス雰囲気中800℃まで加熱して仮焼体を得た。更に、この仮焼体を真空下1500℃に加熱して高純度の熔融金属珪素を含浸し、焼結して、外径170mm、内径155mm、長さ2600mmの炉芯管を得た。

【0024】このようにして得られた炉芯管の酸素含有量は70ppm、鉄含有量は3ppmであった。なお、この炭化珪素の組織はSiC立体連続相構造を有さないものであった。この組織の100倍の顕微鏡写真を参考写真1に示す。

【0025】[実施例2]市販の炭化珪素粉末を高純度化した炭化珪素粉末67重量%、同じく高純度化した黒鉛粉末15重量%及び結合剤としてフェノール樹脂18重量%を混合、造粒、成形した後、窒素ガス雰囲気中800℃まで加熱して仮焼体を得た。更に、この仮焼体を真空下1600℃に加熱して高純度の熔融金属珪素を含浸し、焼結して、外径170mm、内径155mm、長さ2600mmの炉芯管を得た。

【0026】このようにして得られた炉芯管の酸素含有量は50ppm、鉄含有量は10ppmであった。なお、この炭化珪素の組織はSiC立体連続相構造を有するものであった。この組織の100倍の顕微鏡写真を参考写真2に示す。

【0027】[実施例3]市販の炭化珪素粉末を高純度化した炭化珪素粉末74重量%、同じく高純度化した黒鉛粉末16重量%及び結合剤かつ酸素源としてシリコン樹脂10重量%を混合造粒、成形した後、窒素ガス雰囲気中800℃まで加熱して仮焼体を得た。更に、この仮焼体を真空下1600℃に加熱して高純度の熔融金属珪素を含浸し、焼結して、外径170mm、内径155mm、長さ2600mmの炉芯管を得た。

【0028】このようにして得られた炉芯管の酸素含有量は220ppm、鉄含有量は2ppmであった。なお、この炭化珪素の組織はSiC立体連続相構造を有するものであった。この組織の100倍の顕微鏡写真を参考写真3に示す。

【0029】[比較例]市販の炭化珪素粉末を高純度化した炭化珪素粉末80重量%、同じく高純度化した黒鉛

粉末5重量%及び結合剤としてフェノール樹脂15重量%を混合、造粒、成形した後、窒素ガス雰囲気中800℃まで加熱して仮焼体を得た。更に、この仮焼体を真空下1500℃に加熱して高純度の溶融金属珪素を含浸し、焼結して、外径170mm、内径155mm、長さ2600mmの炉芯管を得た。

【0030】このようにして得られた炉芯管の酸素含有量は45ppm、鉄含有量は2ppmであった。なお、この炭化珪素の組織はSiC立体連続相構造を有さない*

*ものであった。この組織の100倍の顕微鏡写真を参考写真4に示す。

【0031】次に、上記例で得られた炉芯管を拡散炉に取り付け、炉芯管に半導体のシリコンウェハーを挿入し、熱処理を行った。得られたシリコンウェハーのライフタイム(μ -PCD法)を測定し、シリコンウェハーの汚染度を調べた。これらの結果を表1に示す。

【0032】

【表1】

	実 施 例			比較例
	1	2	3	
炭化珪素の組成比(重量%)	78	90	86	80
基材中の酸素含有率(ppm)	70	50	220	45
SiC 立体連続相構造	無 し	有 り	有 り	無 し
ライフタイム(μ -sec)	78.3	98.0	140.4	42.2

【0033】表1の結果から、酸素含有率が50ppm以上の炭化珪素質炉芯管、特にSiC立体連続相構造を有するものより得られたシリコンウェハーは、ライフタイムが長く、高品質のものであった。

【0034】

※

※【発明の効果】本発明の半導体製造用炭化珪素質部材は、炉芯管などに適用した場合、シリコンウェハーを鉄などの金属不純物で汚染させることを可及的に防止したもので、高品質の半導体製造に用いることができる。